

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

E H 4056/11

①



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



① Veröffentlichungsnummer: 0 585 547 A1

②

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

③ Anmeldenummer: 93109243.1

③ Int. Cl. 9: C04B 35/80, C04B 35/68,  
C01F 7/16

④ Anmeldetag: 09.06.93

⑤ Priorität: 26.08.92 DE 4228355

⑥ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
09.03.94 Patentblatt 94/10⑦ Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE⑧ Anmelder: DIDIER-WERKE AG  
Lessingstrasse 16-18  
D-65189 Wiesbaden (DE)⑨ Erfinder: Eschner, Axel, Dr.  
Waldstrasse 35  
D-6200 Wiesbaden (DE)⑩ Vertreter: Brückner, Raimund, Dipl.-Ing.  
c/o Didier-Werke AG  
Lessingstrasse 16-18  
D-65189 Wiesbaden (DE)

⑪ Feuerfester Faserbaukörper.

⑫ Die Erfindung betrifft Faserbaukörper in Form von feuerfesten Leichtformkörpern.

Die erfindungsgemäßen Faserbaukörper weisen den Vorteil auf, daß sie keine oder fast keine eventuell gesundheitsgefährdende Fasern mehr enthalten, bzw. daß solche eventuell noch vorhandenen Fasern in den Faserbaukörpern durch Wasser oder Körperflüssigkeiten leicht zersetzt werden. Die Faserbaukörper weisen dennoch die vorteilhaften thermischen und mechanischen Eigenschaften von üblichen Leichtformkörpern auf.

Die erfindungsgemäßen Faserbaukörper wurden unter Verwendung von anorganischen Fasern, welche zu wenigstens 90% aus 20-50 Gew.% CaO und 50-80 Gew.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und einem Rest von maximal 10 Gew.% verunreinigenden Oxiden bestehen, unter Verwendung von Wasser oder einer wasserhaltigen Flüssigkeit als Ansauchflüssigkeit, gegebenenfalls unter Verwendung von üblichen feuerfesten Zusatzstoffen, hergestellt.

EP 0 585 547 A1

EP 0 585 547 A1

2

Die Erfindung betrifft Faserbaukörper in Form von feuerfesten Leichtformkörpern.

Fasernhaltige Leichtformkörper sind wohlbekannte Produkte. Sie werden aus mineralischen bzw. feuerfesten Fasern gegebenenfalls unter Zusatz von üblichen Zusatzstoffen sowie Zuschlägen hergestellt. So sind z.B. aus der DE-AS 27 32 387 Mineralfaserplatten bekannt, welche durch Tränken einer durch ein organisches Kunststoffbindemittel vorgebundenen Mineralfaserplatte mit einer wässrigen Aufschlämmung eines Bindetons und anschließendes Verfestigen durch Tempern hergestellt werden. Aus der EP 0 006 362 sind Platten bekannt, welche in einer Matrix aus plastischem Ton als Verstärkung anorganische Fasern enthalten. In solchen Faserplatten werden Mineralfasern, Asbest oder Feuerfestfasern aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> verwendet.

Keramische Fasern des Standes der Technik aus dem System Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> mit 40-75 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sind röntgenamorph, und vorbekannte Fasern mit 80-95 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Rest SiO<sub>2</sub>, sind kristallin. Solche Fasern werden zur Wärmeisolation bei erhöhten Temperaturen in Form von Matten und fasernhaltigen Formkörpern, sowie zur Herstellung von verstärkten keramischen oder metallischen Formkörpern verwendet. Die vorbekannten keramischen Fasern haben eine hohe Beständigkeit gegen Wasser, d.h. sie lösen sich in Wasser oder in physiologischen Lösungen nicht oder nur nach sehr langer Zeit. Bei Temperaturanwendung kristallisieren die Fasern aus oder zeigen im Fall der bei Anlieferung bereits kristallinen Fasern ein weiteres Kristallwachstum. Der Habitus der Faser, charakterisiert durch das Längen-Durchmesser-Verhältnis, bleibt in allen Fällen erhalten. Dazu kommt, daß in der Anlieferung röntgenamorphe Fasern auf Grund ihres hohen Anteils an SiO<sub>2</sub> bei Temperaturanwendung Cristobalit bilden, der Silikose verursacht.

Ferner besteht die Vermutung, daß keramische Fasern krebsauslösend sein könnten, wofür als wesentlicher Grund ihre Beständigkeit gegen Lösung in Wasser bzw. in Körperflüssigkeit gesehen wird. Sie bleiben als feinfaserige Fremdkörper ähnlich wie Asbestfasern im Körper erhalten und könnten zu Reizungen führen. Aus "Keramik und Glas", Mitteilungen der Berufsgenossenschaft der Keramischen und Glas-Industrie, März 1992, Nr.1, S. 30-41, insbesondere Seite 38-40, sind Werte für die sogenannte "Netzwerkauflösegeschwindigkeit" und die Verweildauer von verschiedenen Fasern in Flüssigkeit bekannt.

Aufgabe der Erfindung sind Faserbaukörper in Form von feuerfesten Leichtbaukörpern, bei deren Herstellung Fasern eingesetzt wurden, die möglichst frei von SiO<sub>2</sub> sind, die sich in ihren thermischen und mechanischen Eigenschaften nicht wesentlich von vorbekannten Faserbaukörpern unter-

scheiden und die nach der Verfestigung nur noch wenige oder gar keine eigentlichen Fasern mehr enthalten, so daß eine Gesundheitsgefährdung von solchen erfindungsgemäßen Faserbaukörpern nicht erwartet werden kann.

Zur Lösung dieser Aufgabe dienen die Faserbaukörper in Form von feuerfesten Leichtformkörpern, insbesondere Platten, welche unter Verwendung von anorganischen Fasern, die zu wenigstens 90% aus 20-50 Gew.-% CaO und 50-80 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide bestehen, unter Verwendung von Wasser oder einer wasserhaltigen Flüssigkeit als Ansatzflüssigkeit, gegebenenfalls unter Verwendung von üblichen feuerfesten Zusatzstoffen, hergestellt wurden. Die anorganischen Fasern mit erhöhtem Gehalt an Calciumoxid sind nach CEN (Comité Européen de Normalisation) Dokument CEN/TC 187/WG3/N27, Januar 1992, nicht als keramische Faser zu bezeichnen, da diese weniger als 2 Gew.-% Alkali- und Erdalkalioxide enthalten.

Die bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Faserbaukörper verwendeten anorganischen Fasern, wie sie zuvor definiert wurden, sind neue Produkte, die in der gleichzeitig eingereichten Patentanmeldung P 42 28 353.1-43. (Internes Aktenzeichen PA 4056) der Anmelderin näher beschrieben sind.

Der Zusammensetzung der Fasern zu wenigstens 90% aus 20-50 Gew.-% CaO und 50-80 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> liegt im wesentlichen das System CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zugrunde. Die Zusammensetzung der Fasern ist so gewählt, daß sie den Calcium-Aluminatzementen entspricht.

Als Zusatzstoffe bzw. Zuschlagstoffe können in den erfindungsgemäßen Faserbaukörpern die in der Wärmeisoliertechnik bei hohen Temperaturen üblichen Stoffe verwendet werden, z.B. in feinteiliger Form. Beispiele hierfür sind: Aluminiumoxid, Ton, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, organische Fasern bzw. organische feinteilige Stoffe als Ausbrennsubstanzen, Tenside und andere Hilfsstoffe.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäß verwendeten Fasern können die üblichen Ausgangsstoffe wie bei der Herstellung von Calcium-Aluminatzementen verwendet werden, ferner können übliche, in geringer Menge zuzusetzende Hilfsstoffe, z.B. Anhydrid (CaSO<sub>4</sub>), eingesetzt werden.

Übliche oxidische Verunreinigungen in solchen Calcium-Aluminatzementen sind MgO, TiO<sub>2</sub>, Eisenoxid und SiO<sub>2</sub>, die daher auch in den erfindungsgemäß verwendeten Fasern vorliegen können. Ihre Gesamtmenge sollte jedoch maximal 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der Fasern, und insbesondere 5 Gew.-% nicht übersteigen. Insbesondere soll der Gehalt an SiO<sub>2</sub> den Wert von 1,5 Gew.-%, bevorzugt 0,8 Gew.-%, nicht

übersteigen.

Die Fasern können nach den bekannten Methoden zur Herstellung von mineralischen Fasern hergestellt werden, z.B. durch Verblasen oder durch Schleuderverfahren.

Die aus der dünnflüssigen Schmelze der Ausgangsstoffe, insbesondere durch Verblasen, erzeugten Fasern sind weitgehend röntgenamorph, sie hydratisieren und zerfallen bei Kontakt mit Wasser unter Verlust ihrer Faserform.

Die erfindungsgemäß verwendeten Fasern haben übliche Abmessungen, vorzugsweise einen Durchmesser von 1 bis 5 µm und einen mittleren Durchmesser von 3 µm, sowie eine Länge von > 20 µm. Der maximale Faserdurchmesser beträgt bevorzugt 10 µm.

Es zeigt sich in überraschender Weise, daß derartige Fasern in Wasser bereits nach wenigen Tagen hydratisieren und beginnen, ihre Faserform zu verlieren.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Faserformkörper wird die Ausgangsmischung aus Fasern, gegebenenfalls Zusatzstoffen und Wasser daher ohne Entwässerung so lange stehen gelassen, bis die Mischung erstarrt ist und die Fasern weitgehend oder vollständig ihre Faserform verloren haben, wobei die Ausgangsmischung selbstverständlich mit einer hierzu ausreichenden Wassermenge angesetzt werden muß. Die Wassermenge beträgt im allgemeinen wenigstens 5 bis zu 20 Gew.%, bezogen auf die Gesamtausgangsmischung, d.h. das Verhältnis zwischen Fasern und gegebenenfalls Zusatzstoffen zu Wasser liegt in einem allgemeinen Bereich von 95 : 5 bis 80 : 20.

Die anorganische Faser, die gemäß der Erfindung verwendet wird, zersetzt sich fortschreitend in Gegenwart von Wasser bzw. Körperflüssigkeit durch Hydratation und verliert die Faserstruktur mit zunehmender Hydratation und ist somit auf Grund ihres Habitus als Faser nach relativ kurzer Zeitspanne eines Wasserkontaktes nicht mehr gesundheitsgefährlich. Dies ist vorteilhaft bei der Anlieferung und Verarbeitung zu den erfindungsgemäßen Faserbaukörpern. Bei einem Einatmen der erfindungsgemäß verwendeten Fasern bei einer solchen Herstellung zerfallen diese innerhalb längstens weniger Tage, so daß keine Silikosegefährdung zu befürchten ist.

Ferner sind die Fasern nach der Herstellung der Faserbaukörper weitgehend oder vollständig zerfallen bzw. haben ihre Form von spitzen Fasern, die eine Gesundheitsgefährdung darstellen könnten, verloren, so daß bei einem späteren Ausbruch von erfindungsgemäßen Faserbaukörpern oder deren Abfallbeseitigung keine besonderen Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden müssen.

Die bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Faserbaukörper verwendeten anorganischen Fa-

sern können wie folgt hergestellt werden:

#### Herstellungsbeispiel 1

Eine Mischung aus 50 Gew.% Tonerde und 50 Gew.% calciniertem Kalk wurde zu Pellets verpreßt. Die Pellets wurden in einem Ofen bei 1850 °C geschmolzen, und die Schmelze wurde mit Preßluft verblasen.

Dabei wurden Fasern mit einem Durchmesser von bis zu 8 µm und einem mittleren Faserdurchmesser von 3 µm erhalten. Diese Fasern zeigten bei der Lagerung in Wasser bereits nach 4 Stunden eine beginnende Hydratation und nach 2 Tagen waren die Fasern weitgehendst zerfallen. An der getrockneten Probe der 2 Tage in Wasser gelagerten Fasern konnten bei der Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) keine Fasern mehr nachgewiesen werden.

Die Fig. 1 zeigt eine Fotografie der REM-Aufnahme von Fasern nach ihrer Herstellung bei einer Vergrößerung von x 2100.

In der Fig. 2 ist eine Fotografie der REM-Aufnahme von 2 Tage in Wasser aufbewahrten Fasern bei einer Vergrößerung von x 2000 gezeigt.

Aus dem Vergleich dieser beiden Fotografien ist eindeutig ersichtlich, daß die Fasern nach der Lagerung in Wasser während 2 Tagen ihre Faserstruktur bzw. ihren Faserhabitus fast vollständig verloren hatten.

#### Herstellungsbeispiel 2

Fasern einer anderen Ausgangsmischung mit 63 Gew.% Tonerde, 30 Gew.% calciniertem Kalk, 5 Gew.% Calciumsulfat und 2 Gew.% verunreinigenden Oxiden (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, SiO<sub>2</sub>) führten zu einem ähnlichen Ergebnis wie die zuvor beschriebenen Fasern der Mischung mit 50 Gew.% Tonerde und 50 Gew.% calciniertem Kalk. Bei der Herstellung wurde die Ausgangsmischung wie im Beispiel 1 bei 1650 °C aufgeschmolzen und zu Fasern verblasen.

Die zuvor beschriebenen anorganischen Fasern können in an sich bekannter Weise zu Faserbaukörpern verarbeitet werden.

#### Beispiel 1

Hierzu werden die Fasern, hergestellt aus einer Mischung mit 50 Gew.% Tonerde und 50 Gew.% calciniertem Kalk gemäß Herstellungsbeispiel 1, in einer Menge von 90 Gew.-Teilen Fasern auf 10 Gew.-Teile Wasser zu einer Formmasse angesetzt und bei einem Preßdruck von 1 N/m<sup>2</sup> zu Formkörpern (Platten) verdichtet.

Die Formkörper wurden bei 25 °C, 100% Luftfeuchtigkeit, über 24 Stunden gelagert, wobei die Fasern weitgehend hydratisierten und hierdurch

5

EP 0 585 547 A1

6

eine hydraulische Abbindung erfolgte. Es wurde so eine Leichtbauplatte erhalten, in der die Fasern weitgehend zerfallen waren, die aber eine hohe Porosität bei gleichzeitiger hoher mechanischer Festigkeit und ausgezeichneten Feuerfesteigenschaften aufwies. Beim anschließenden Brand bei 1000 °C erwiesen sich die Formkörper als formbeständig. Die Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop konnte nur noch wenige Faserreste nachweisen (Fig. 3).

### Beispiel 2

Aus den in Herstellungsbeispiel 2 erhaltenen anorganischen Fasern, feinteiligem Aluminiumoxid als Zusatzstoff bzw. Zuschlag und Wasser wurde eine Masse in folgendem Mischungsverhältnis hergestellt: 60 Gew.-Tle. Fasern, 30 Gew.-Tle. feinteiliges Aluminiumoxid (gebrannter und gemahlener Bauxit), 10 Gew.-Tle. Wasser. Die Weiterverarbeitung erfolgte entsprechend der Arbeitsweise von Beispiel 1.

Es wurde ein Leichtformkörper mit ausgezeichneten mechanischen und wärmeisolierenden Eigenschaften erhalten, da trotz der verlorengegangenen Faserform die Porosität wie bei Verwendung von ihre Gestalt nicht verändernden Mineralfasern erhalten geblieben war.

### Patentansprüche

1. Faserbaukörper in Form von feuerfesten Leichtformkörpern, insbesondere Platten, hergestellt unter Verwendung von anorganischen Fasern, welche zu wenigstens 90% aus 20-50 Gew.-% CaO und 50-80 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide bestehen, unter Verwendung von Wasser oder einer wasserhaltigen Flüssigkeit als Ansatzflüssigkeit, gegebenenfalls unter Verwendung von üblichen feuerfesten Zusatzstoffen.
2. Faserbaukörper nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zu seiner Herstellung Fasern verwendet wurden, welche einen Rest von maximal 5 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide aufweisen.
3. Faserbaukörper nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß bei seiner Herstellung Fasern verwendet wurden, welche bis zu 1,5 Gew.-% SiO<sub>2</sub>, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der Faser, enthielten.
4. Faserbaukörper nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß er bis zu 50 Gew.-%, bezogen auf die trockene

Gesamtzusammensetzung, an üblichen, feuerfesten Zusatzstoffen enthält.

5. Verfahren zur Herstellung von Faserbaukörpern nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung aus den in Anspruch 1 beschriebenen Fasern sowie gegebenenfalls Zusatzstoffen in einem Verhältnis von 90:10 bis 50:50 und Wasser hergestellt wird und aus dieser Formmasse unter Pressen ein Formkörper hergestellt wird und dieser Formkörper bei Zimmertemperatur für die übliche Zeitspanne zur Hydratisierung und Ausbildung der hydraulischen Abbindung gelagert wird.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			EP 93109243.1
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgebenden Teile	Befund Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC Cl.)
A	DE - A - 2 748 127 (LAFARGE S.A.) * Ansprüche; Seite 9, 2. Absatz *	1, 2	C 04 B 35/80 C 04 B 35/68 C 01 F 7/16
A	DE - A - 3 444 397 (DIDIER-WERKE AG) * Gesamt *	1, 4, 5	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC Cl.)
			C 04 B C 01 F C 03 B C 03 C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für die Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Aktivitätsdatum der Recherche	Prüfer	
WIEN	17.11.1993	BECK	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN		E	
von besonderer Bedeutung für die Patentsuche		älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist	

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



PA 4056/A

Refractory Fibrous Construction Bodies

5

Description

The invention relates to fibrous construction bodies in the form of refractory lightweight bodies.

10 Fibre-containing lightweight bodies are well known products. They are manufactured from mineral or refractory fibres, optionally with the addition of conventional additives and admixtures. Thus mineral fibre plates are known from e.g. DE-B 2732387 which are  
15 manufactured by impregnating a mineral fibre plate, which has been prebonded by an organic plastic bonding agent, with an aqueous slurry of a bonding clay and subsequent setting by tempering. Plates are known from EP0006362 which contain inorganic fibres in a matrix of plastic  
20 clay as reinforcement. Mineral fibres, asbestos or refractory fibres of  $Al_2O_3$ , are used in such fibre plates.

Ceramic fibres in accordance with the prior art from the  $Al_2O_3$ - $SiO_2$  system with 40-75 wt.%  $Al_2O_3$ , are amorphous under  
25 X-rays and known fibres with 80-95 wt.%  $Al_2O_3$ , remainder  $SiO_2$ , are crystalline. Such fibres are used for thermal insulation at elevated temperatures in the form of mats and fibre-containing moulded bodies and in the manufacture of reinforced ceramic or metallic moulded  
30 bodies. The known ceramic fibres have a high resistance to water, i.e. they do not dissolve in water or in physiological solutions or only after a very long time. When used at high temperature the fibres crystallise out or, in the case of fibres which are already crystalline

when supplied, exhibit further crystal growth. The physical form of the fibre, characterised by the length-diameter ratio, is retained in all cases. An additional factor is that fibres which are amorphous under X-rays when supplied form cristobalite, which causes silicosis, when used at high temperature due to their high proportion of  $\text{SiO}_2$ .

Furthermore, there is the presumption that ceramic fibres could cause cancer and their resistance to solution in water or in bodily fluid is seen as an important reason for this. They remain in the body as fine fibrous foreign bodies, similar to asbestos fibres, and result in irritation. Values for the so-called "network dissolving speed" and the residence period of different fibres in liquid are known from "Ceramic and Glass", Reports of the Trade Association of the Ceramic and Glass Industry, March 1992, No.1, p.30-41, particularly pages 38-40.

The object of the invention is fibrous construction bodies in the form of refractory lightweight construction bodies, in the manufacture of which fibres are used, which are as free as possible of  $\text{SiO}_2$ , which do not differ substantially from known fibrous construction bodies in their thermal and mechanical properties and which after setting contain only a few or no actual fibres so that no health risk from such fibre construction bodies in accordance with the invention can be expected.

This object is solved by the fibrous construction bodies in the form of refractory lightweight bodies, particularly plates, which have been manufactured using inorganic fibres, which consist to at least 90wt.% of 20-

50 wt.% CaO and 50-80 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and a remainder of at most 10 wt.% conventional contaminant oxides, using water or an aqueous liquid as the additive liquid, optionally using conventional refractory additive materials. The inorganic fibres with an increased content of calcium oxide are, in accordance with CEN (Comite European de Normalisation) Document CEN/TC 187/WG3/N27, January 1992, not to be designated as ceramic fibres since they contain less than 2 wt.% alkaline and alkaline earth oxides.

10 The inorganic fibres, as previously defined, used in the manufacture of the fibrous construction bodies in accordance with the invention are new products which are described in more detail in the simultaneously filed patent application P4228351.1-43 (internal file reference PA 4056) of the applicant.

15 The CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system is substantially the basis of the composition of the fibres of at least 90 wt.% 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The composition of the fibres is so selected that it corresponds to the calcium-aluminate cements.

20 The additives or adjuvants in the fibrous construction bodies in accordance with the invention can be the conventional materials which are used at high temperatures in thermal insulation technology, e.g. in finely divided form. Examples of these are: aluminium oxide, clay, ZrO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, organic fibres or organic finely divided materials as substances which are to be burnt out, tensides and other auxiliary materials.

30 In the manufacture of the fibres used in accordance with the invention the conventional starting materials in the

manufacture of calcium-aluminate cements can be used and additionally conventional adjuvants, which are to be added in small amounts, e.g. anhydride ( $\text{CaSO}_4$ ), can be added.

Conventional oxide contaminants in such calcium-aluminate cements are  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ , iron oxide and  $\text{SiO}_2$ , which can thus also be present in the fibres used in accordance with the invention. Their total amount should, however, not exceed at most 10 wt.% with respect to the entire composition of the fibres and particularly 5 wt.%. In particular, the content of  $\text{SiO}_2$  should not exceed the value of 1.5 wt.%, preferably 0.8 wt.%.

The fibres can be produced by the known methods for producing mineral fibres, e.g. by blowing or by spinning methods.

The fibres produced from the highly fluid melt of the starting materials, particularly by blowing, are substantially amorphous under X-rays, they hydrate and decompose on contact with water whilst losing their fibre construction.

The fibres used in accordance with the invention have conventional dimensions, preferably a diameter of 1 to 5  $\mu\text{m}$  and a mean diameter of 3  $\mu\text{m}$  and a length of  $> 20 \mu\text{m}$ . The maximum fibre diameter is preferably 10  $\mu\text{m}$ .

It is found surprisingly that such fibres hydrate in water after only a few hours and begin to lose their fibre shape.

When manufacturing the fibrous moulded bodies in

accordance with the invention the starting mixture of fibres, optionally additives and water, thus without dewatering, is left standing until the mixture has hardened and the fibres have substantially or completely lost their fibre shape, whereby the starting mixture must of course be made up with a quantity of water sufficient for this purpose. The amount of added water is in general at least 5 to 20 wt.% with respect to the total starting mixture, i.e. the ratio between fibres and optional additives to water is in the general range of 95:5 to 80:20.

The inorganic fibre which is used in accordance with the invention decomposes progressively in the presence of water or bodily fluid by hydration and loses the fibre structure with increasing hydration and is thus no longer a health risk due to its physical structure as a fibre after a relatively short period of time contact with water. This is advantageous in the supply and processing into the fibrous construction bodies in accordance with the invention. On breathing in the fibres used in accordance with the invention in such manufacture they decompose within at most a few days so that no risk of silicosis is to be feared.

Furthermore, after manufacture of the fibrous construction bodies the fibres have substantially or completely decomposed or have lost their shape as pointed fibres, which could constitute a health risk, so that when later breaking out fibrous construction bodies in accordance with the invention or disposing of the waste therefrom no particular precautionary measures need be taken.

The inorganic fibres used in the manufacture of the fibrous construction bodies in accordance with the invention can be manufactured as follows:

Manufacturing Example 1

5 A mixture of 50 wt.% alumina and 50 wt.% calcined lime was pressed into pellets. The pellets were melted in a furnace at 1650°C and the melt was blown with compressed air. Fibres with a diameter of up to 8  $\mu\text{m}$  and a mean fibre diameter of 3  $\mu\text{m}$  were produced. These fibres  
10 exhibited the beginning of hydration when stored in water after only four hours and after two days the fibres had decomposed almost completely. On examination in a scanning electron microscope (SEM) no fibres could be detected in the dried sample of the fibres stored in  
15 water for two days.

Fig. 1 shows a photograph of the SEM view of fibres after their manufacture at an enlargement of x 2100.

20 In Fig. 2 an SEM view of fibres stored for two days in water is shown at an enlargement of x 200.

It is clearly apparent from the comparison of these two photographs that after being stored in water for two days  
25 the fibres had lost their fibre structure or their physical fibre construction almost completely.

Manufacturing Example 2

30 Fibres from a different starting mixture with 63 wt.% alumina, 30 wt.% calcined lime, 5 wt.% calcium sulphate and 2 wt.% contaminant oxides ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ) produced a similar result as the fibres described above from the mixture with 50 wt.% alumina and 50 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . In the manufacture the starting mixture was melted as in Example

1 at 1650°C and blown into fibres.

The inorganic fibres described above can be processed in a manner known per se into fibrous construction bodies.

5

#### Example 1

The fibres, manufactured from a mixture of 50 wt.% alumina and 50 wt.% calcined lime in accordance with Manufacturing Example 1, were made up into a moulding composition in an amount of 90 parts by wt. fibres with 10 parts by wt. water and compacted into moulded bodies (plates) at a pressing pressure of 1 N/m<sub>2</sub>.

15

The moulded bodies were stored for 24 hours at 25°C, 100% air humidity, whereby the fibres substantially hydrated and a hydraulic bonding thus occurred. A lightweight construction plate was thus produced in which the fibres had substantially decomposed but which had a high porosity and simultaneously a high mechanical strength and excellent refractory properties. When subsequently fired at 1000°C the moulded bodies proved to be shape stable. The examination in the scanning electron microscope could only detect a few fibre residues.

20

25

#### Example 2

A composition was produced from the inorganic fibres produced in Manufacturing Example 2, finely divided aluminium oxide as an additive or adjuvant and water in the following mixing ratio: 60 parts by wt. fibres, 30 parts by wt. finely divided aluminium oxide (fired and ground bauxite), 10 parts by wt. water. The further processing was effected in accordance with the mode of operation of Example 1.

30

8

A lightweight body with excellent mechanical and thermal insulation properties was produced since despite the lost fibre structure the porosity was retained as when using mineral fibres whose structure does not alter.

5



CLAIMS

1. Fibrous construction body in the form of refractory lightweight bodies, particularly plates, manufactured using inorganic fibres which consist to at least 90 wt.% of 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and a remainder of at most 10 wt.% conventional contaminant oxides, using water or an aqueous liquid as the additive liquid, optionally using conventional refractory additives.
2. Fibrous construction body as claimed in claim 1, characterised in that fibres were used in its manufacture which have a remainder of at most 5 wt.% of conventional contaminant oxides.
3. Fibrous construction body as claimed in claim 1 or 2, characterised in that fibres were used in its manufacture which contained up to 1.5 wt.% SiO<sub>2</sub> with respect to the entire composition of the fibres.
4. Fibrous construction body as claimed in one of the preceding claims, characterised in that it contains up to 50 wt.% conventional refractory additives with respect to the entire dry composition.
5. Method of manufacturing fibrous construction bodies as claimed in one of claims 1 to 4, characterised in that a mixture is produced from the fibres described in claim 1 and optionally additives in a ratio of 90:10 to 50:50 and water and a moulded body is produced from this moulding composition by pressing and this moulded body is stored at room temperature for the conventional period of time for hydration and formation of the hydraulic bond.

ABSTRACT

## Refractory fibrous construction bodies

5

The invention relates to fibrous construction bodies in the form of refractory lightweight bodies.

10

The fibrous construction bodies in accordance with the invention have the advantage that they contain no or nearly no health-endangering fibres or that such fibres which are perhaps still present in the fibrous construction bodies are easily decomposed by water or bodily fluids. The fibrous construction bodies have, however, the advantageous thermal and mechanical properties of conventional lightweight bodies.

15

20

The fibrous construction bodies in accordance with the invention were manufactured from inorganic fibres, which consist to at least 90 wt.% of 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.%  $Al_2O_3$ , and a remainder of at most 10 wt.% contaminant oxides, using water or an aqueous liquid as the additive liquid, optionally using conventional refractory additives.